

Rec'd PCT/PTO 31 JAN 2005

10/52281

PCT/JP03/09666

30.07.03

日 本 国 特 許 庁

JAPAN PATENT OFFICE

RECEIVED

22 AUG 2003

WIPO

PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 7月31日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-222368

[ ST.10/C ]:

[ JP2002-222368 ]

出 願 人

Applicant(s):

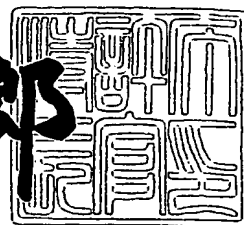
独立行政法人産業技術総合研究所

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 6月27日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3051256

【書類名】 特許願

【整理番号】 324-02271

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C22C 38/00  
C23C 14/48

【発明者】

    【住所又は居所】 茨城県つくば市東1丁目1番地1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内

    【氏名】 岩田 康嗣

【発明者】

    【住所又は居所】 大阪府池田市緑丘1丁目8番31号 独立行政法人産業技術総合研究所関西センター内

    【氏名】 茶谷原 昭義

【特許出願人】

    【識別番号】 301021533

    【氏名又は名称】 独立行政法人産業技術総合研究所

    【代表者】 吉川 弘之

    【電話番号】 0298-61-3280

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 超低炭素ステンレス鋼

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 表面層にシール機能層が設けられていることを特徴とする超低炭素ステンレス鋼。

【請求項 2】 シール機能層がイオン注入により形成されていることを特徴とする請求項 1 に記載の超低炭素ステンレス鋼。

【請求項 3】 イオンが窒素イオンであることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の超低炭素ステンレス鋼。

【請求項 4】 シール機能層が面精度以内の表面層に亘って形成されていることを特徴とする請求項 1 乃至 3 何れかに記載の超低炭素ステンレス鋼。

【請求項 5】 超低炭素ステンレス鋼が、0.01 重量%以下の炭素を含有するものであることを特徴とする請求項 1 乃至 4 何れかに記載の超低炭素ステンレス鋼。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、耐摩耗・耐傷性に優れるとともに金属材料と高度な密着特性を有する新規な超低炭素ステンレス鋼に関する。

【0002】

【従来技術】

一般に、真空継手、真空封止弁、液体や気体の配管継手、封止弁などの高炭素ステンレス鋼を基材とする金属部品においては、各構成部材を一体化させるために、通常、銅、金、アルミニウム、フッ素樹脂、ゴム、ポリイミドなどのシール材が通常用いられている。

【0003】

しかしながら、このようなシール材を用いた金属部品は 部品点数が増えるばかりでなく、その組み立て・製造工程が複雑となり、さらにはたとえば銅などの金属シール材を使用した場合には、そのシール効果が銅自体の有する軟度に依存

するため、銅自体の損傷・摩耗によって金属疲労が生じ、その結果、シール効果が著しく低下し、金属部品そのものの高寿命化が図れず、またフッ素樹脂系シール材はヘリウムガスに対するシール力に劣り、ゴム、ポリイミド系シール材では耐熱性が悪い等といった問題があった。

また、使用済み後のこれらのシール廃材は産業廃棄物となるため、環境汚染対策を講じる必要があるといった多くの問題点を包含していた。

#### 【 0 0 0 4 】

したがって、上記のような 真空継手、真空封止弁、液体や気体の配管継手、封止弁などのステンレス製金属部品からシール材を不要にし、耐久性に優れたオールステンレス製の封止・継手システム製品等のの実現を可能にする、弾力性及び耐摩耗性に優れ、かつ環境に優しいステンレス材料の開発が強く要請されていた。

#### 【 0 0 0 5 】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記従来技術の事情に鑑みなされたものであって、耐久性に優れると共にシール材を不要化し、オールステンレス製の封止・継手システム部品などの製品の実現を可能にする、良好な弾力性及び耐摩耗性を示し、かつ環境に優しい新規な超低炭素ステンレス鋼を提供することを目的とする。

#### 【 0 0 0 6 】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決するため鋭意検討した結果、特定な軟度、弾力性を有する超低炭素ステンレス鋼の表面をイオン注入することにより得られる、表面内層にイオンが注入されたシール機能層を有し、それ以外の内部は処理前の組成を保持したステンレス鋼（以下、シールレスステンレス鋼ともいう）が有効であることを知見し、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明によれば、以下の発明が提供される。

- （１）表面層にシール機能層が設けられていることを特徴とする超低炭素ステンレス鋼。
- （２）シール機能層がイオン注入により形成されていることを特徴とする上記（

1) に記載の超低炭素ステンレス鋼。

(3) イオンが窒素イオンであることを特徴とする上記(1)又は(2)に記載の超低炭素ステンレス鋼。

(4) シール機能層が面精度以内の表面層に亘って形成されていることを特徴とする上記(1)乃至(3)何れかに記載の超低炭素ステンレス鋼。

(5) 超低炭素ステンレス鋼が、0.01重量%以下の炭素を含有するものであることを特徴とする上記(1)乃至(4)何れかに記載の超低炭素ステンレス鋼。

#### 【0007】

##### 【発明の実施の形態】

本発明の超低炭素ステンレス鋼は、その表面層にシール機能層を設けたことを特徴としている。

#### 【0008】

シール機能層が設けられる超低炭素ステンレス鋼とは、炭素含量が0.01重量%以下のステンレス鋼で、好ましくはオーステナイト系構造を有するものと定義される。

#### 【0009】

このシール機能層が設けられる超低炭素ステンレス鋼、鋼中の非金属介在物やガス成分が著しく低減されたものであり、これを構成する成分は、Fe、炭素以外に、Ni、Co、Mo、Si、Mn、P、S、Cu、Alなどの金属や非金属を挙げることができ、その構成比はオーステナイト構造を採る態様の範囲内で任意に選定することができる。

#### 【0010】

本発明で用いる代表的な超低炭素ステンレス鋼としては、市販品として、たとえば大同特殊鋼社製のクリーンスターA、Bなどを挙げることができる。

#### 【0011】

本発明で用いる超低炭素ステンレス鋼は、たとえば、VCR法により極低C-Nステンレス鋼を溶解するEAVACやアーク再溶解(VAR)などの再溶解などの方法によって製造することができる。

## 【0012】

本発明の表面層にシール機能層が設けられている超低炭素ステンレス鋼は、上記超低炭素ステンレス鋼の表面層（表面内層）にイオン注入することにより得られる。

イオン注入法としては、プラズマイオン注入法、イオンピーミング法などの従来公知の方法を採用すればよく、また、イオンとしては、N、C、B、Ti、Taなどの元素あるいはこれらの元素を含む化合物が用いられればよいが、Nイオンを用いることが好ましい。

## 【0013】

本発明に係るシール機能層は、超低炭素ステンレス鋼自体の有する弾力性を保持し、弾性域内の変形により他の金属材料好ましくはステンレス鋼材料との密着特性を維持しつつ、その表面強度を高め、その耐摩耗性、耐傷性の向上を図るために設けられるものであるから、その厚みは、両者の特性が同時に発現するように設定しておく必要がある。

## 【0014】

また、シール機能層の厚みは、その弾力性及び密着特性が十分に発揮されるように、鏡面加工されたステンレス鋼等の面精度以下にしておくことが好ましい。

シール機能層の厚みが面精度の最大値を超えると、密着特性が低下し、また面精度の最小値未満であると、耐摩耗性、耐傷性が低下するようになるので好ましくない。

## 【0015】

イオン注入量は、上記所望厚みとなるように、注入線量と注入エネルギーを適宜設定すればよいが、通常、注入線量は $1 \times 10^{18} \text{ N/cm}^2$ は注入エネルギーは20～400 keVである。

## 【0016】

なお、表面層にイオン注入された元素はステンレス鋼内の元素、たとえばFeなどのステンレス鋼内の元素と反応して、Fe<sub>x</sub>N、Fe<sub>x</sub>Cなどの金属窒化物相や金属炭化物相となりシール機能層を形成する。

## 【0017】

ところで、一般に、高硬度のステンレス鋼の表面にイオン注入して硬化層を形成する方法は良く知られているが、このイオン注入法は実質的に高硬度のステンレス鋼自体の強度、耐久性、耐摩耗性を単に向上させることを目的としたものであり、本発明のような柔軟で弾力性のある超低炭素ステンレス鋼の表面改質法に適用し、超低炭素ステンレス鋼自体の有する軟らかさ弾力性を保持し、他の金属材料好ましくはステンレス鋼材料との密着特性を維持しつつ、その表面強度を高め、その耐摩耗性、耐傷性などの物性の向上を図るためのものではない。

したがって、本発明の表面層にシール機能層が設けられている超低炭素ステンレス鋼と上記従来のイオン注入層を設けた高硬度ステンレス鋼とは、その機能、作用効果の点で明確に区別されるべきものである。

## 【0018】

本発明に係るシール機能層が表面層に設けられている超低炭素ステンレス鋼は、前記した構造を有することから、通常のオーステナイト鋼に比較して耐摩耗性、耐損傷性に優れた性質を有すると共に構造材料でありながら優れたシール性、密着性を示す。

## 【0019】

したがって、本発明の表面層にシール機能層を有する超低炭素ステンレス鋼は、真空継手、真空封止弁、液体や気体の配管継手、封止弁などの高炭素ステンレス鋼製金属部品からシール材を不要にし、耐久性に優れたオールステンレス製の封止・継手システム製品の実現を可能にする、良好な弾力性及び耐摩耗性を示すステンレス鋼材料といえることができる。また、使用済み後の金属部品にはシール材がないことから、従来のようなシール廃材による環境汚染が回避され、またシール廃材の回収装置や設備を省くことが可能となる。

## 【0020】

## 【実施例】

以下、本発明を実施例により更に詳細に説明する。

## 【0021】

## 実施例 1

直径4cm、厚み0.5cmに加工したクリーンスターを面精度 $0.1\mu\text{m}$ 以下に機械研磨した後、エネルギー20keV、注入量 $1\times 10^{18}/\text{cm}^2$ の条件で $\text{N}^+$ イオン注入した。この注入により、イオンはステンレス鋼の表面から20nmの深度に至る層に分布し、 $1\text{cm}^2\times 20\text{nm}$ のステンレス体積中に存在する金属原子数に対して約6倍のイオンが注入された。このようにして表面から深度20nmに硬いシール層を有する超低炭素ステンレス鋼を作製した。

得られた超低炭素ステンレス鋼を室温で装置に取り付け後、予備排気30分、主排気2時間行い、その後 $0.1^\circ\text{C}/\text{s}$ で昇温させた。450 $^\circ\text{C}$ に達した時点から36時間温度を一定とし、その後は自然放冷させ、その際の脱離ガスを質量分析器により測定したときの各種ガス検出強度を図1に示す。

なお、図1において、横軸は $0.1^\circ\text{C}/\text{s}$ の温度上昇開始時刻からの測定時間を、縦軸はH、 $\text{H}_2$ 、N、 $\text{NH}_3$ 、 $\text{N}_2$ の放出相対強度を示す。

#### 【0022】

図1から、N、 $\text{N}_2$ はそれぞれ2つのピーク（低温側から順次 $\alpha$ -peak、 $\beta$ -peak）を3250s付近と4700s付近で示し、3種類の分子は共にほぼ同時刻にピークを形成し、また、4700s付近で水素の急激な脱離が進行するのに合わせて $\text{NH}_3$ の脱離が進行していることがわかる。

#### 【0023】

次に、昇温未処理の試料と昇温脱離実験後の試料について、それぞれ1gを秤取し、燃焼温度1700 $^\circ\text{C}$ 、助燃剤W+Snの条件で高周波炉燃焼し、赤外線吸収法で試料に含有される炭素量を定量した。また、前記各試料0.5gを秤取し、燃焼温度2200 $^\circ\text{C}$ の条件で不活性ガス融解し、熱伝導度測定により窒素量を定量した。2回測定の実験値を表1に示す。

#### 【0024】



【表 1】

表 1 定量分析結果

(単位：質量%)

	C	N
昇温未処理	0.008	0.0096
昇温脱離後	0.008	0.0096

【0 0 2 5】

表 1 から、昇温脱離前後において炭素と窒素の含有量に違いが生じないことがわかる。また、クリーンスターのカーボン含有量は0.008%であり、450℃の昇温では組成変化しないことが確認された。

【0 0 2 6】

【発明の効果】

本発明のシール層を有する超低炭素ステンレス鋼は、前記したように、通常のオーステナイト鋼に比較して耐摩耗性、耐損傷性に優れた性質を有すると共に構造材料でありながら優れたシール性、密着性を示すことから、真空継手、真空封止弁、液体や気体の配管継手、封止弁などの高炭素ステンレス鋼製金属部品からシール材を不要にし、耐久性に優れたオールステンレス製の封止・継手システム製品の実現を可能にする、良好な弾力性及び耐摩耗性を示すステンレス鋼材料とすることができる。

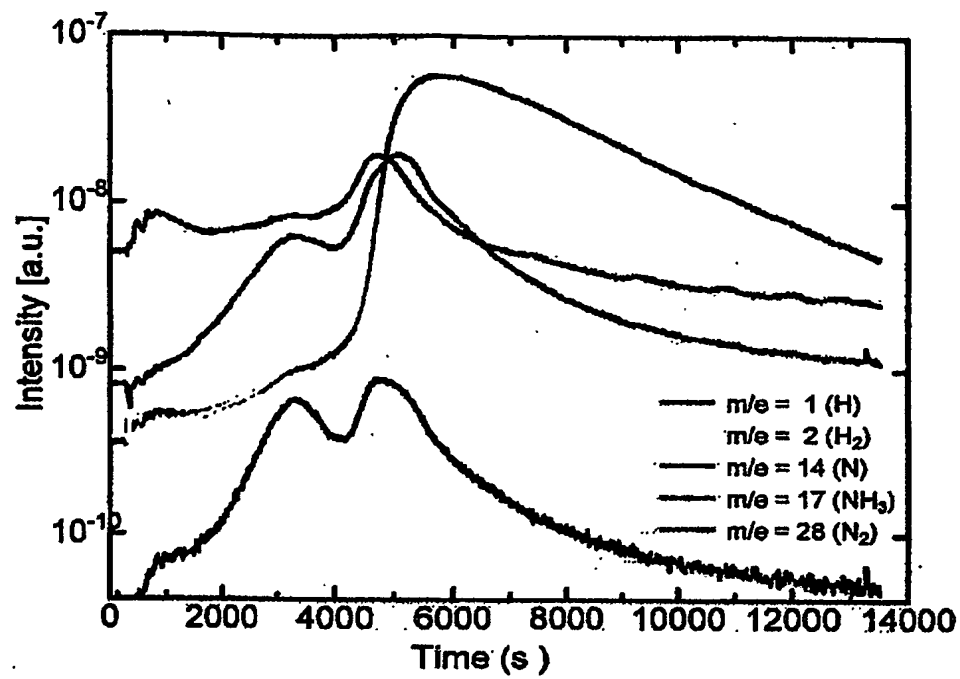
また、使用済み後の金属部品にはシール材がないことから、従来のようなシール廃材による環境汚染が回避され、またシール廃材の回収装置や設備を省くことが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の超低炭素ステンレス鋼を昇温脱離ガス試験に付した際に生成する各種ガスの分析結果を示すグラフ。

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 耐久性に優れると共にシール材を不要化し、オールステンレス製の封止・継手システム部品などの製品の実現を可能にする弾力性及び耐摩耗性に優れた新規な超低炭素ステンレス鋼を提供する。

【解決手段】 表面層にシール機能層を設けた超低炭素ステンレス鋼。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-222368
受付番号	50201128446
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成14年 8月 1日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 7月31日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [301021533]

1. 変更年月日 2001年 4月 2日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区霞が関1-3-1

氏 名 独立行政法人産業技術総合研究所